

## Síntesis de partículas de TiO<sub>2</sub> por el método sol-gel y formulación del sistema TiO<sub>2</sub>/Quitosano asistidas por ultrasonido

Synthesis of TiO<sub>2</sub> particles by the sol-gel method and formulation of the TiO<sub>2</sub>/Chitosan system assisted by ultrasound

Correa Guerra, D. M.<sup>1</sup>, Sánchez Saldaña, M. F.<sup>1</sup>, Calvillo Zacarias D.<sup>2</sup>, González Hermsillo M.I.<sup>1</sup>, Waldo López L.<sup>1</sup>, Hernández Segoviano, M D.<sup>3</sup>, Ybarra Rangel, J. M.<sup>1</sup>, Guzmán Álvarez, Gilberto<sup>3,4</sup>, Zárraga Núñez, R.A.<sup>4</sup> . Palafox Segoviano J.A.<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Licenciatura en Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato

<sup>2</sup>Licenciatura en Químico Farmacéutico Biólogo, División de ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato

<sup>3</sup>Bachillerato General, Escuela del Nivel Medio Superior, Universidad de Guanajuato

<sup>4</sup>Departamento de Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato

[dm.correaquerra@ugto.mx](mailto:dm.correaquerra@ugto.mx)<sup>1</sup>, [mf.sanchezsaldana@ugto.mx](mailto:mf.sanchezsaldana@ugto.mx)<sup>1</sup>, [d.calvillozacarias@ugto.mx](mailto:d.calvillozacarias@ugto.mx)<sup>1</sup>, [mi.gonzalezhermsillo@ugto.mx](mailto:mi.gonzalezhermsillo@ugto.mx)<sup>1</sup>, [l.waldo.lopez@ugto.mx](mailto:l.waldo.lopez@ugto.mx)<sup>1</sup>, [md.hernandezsegoviano@ugto.mx](mailto:md.hernandezsegoviano@ugto.mx)<sup>2</sup>, [jm.ybarrarangel@ugto.mx](mailto:jm.ybarrarangel@ugto.mx)<sup>1</sup>, [g.alvarez@ugto.mx](mailto:g.alvarez@ugto.mx)<sup>3,4</sup>, [rzarraga@ugto.mx](mailto:rzarraga@ugto.mx)<sup>4</sup>, [ja.palafosegoviano@ugto.mx](mailto:ja.palafosegoviano@ugto.mx)<sup>4</sup>

### Resumen

Este trabajo tiene como objetivo mostrar la síntesis y caracterización de partículas de TiO<sub>2</sub> a partir del método sol-gel asistido por punta ultrasónica, siendo una propuesta que propicia la formación de un sistema particulado en donde pueden dominar tamaños que van desde los 10 a 37 nm generando así un área superficial que puede favorecer la interacción del sistema con otros elementos, además de lo anterior, favorece la formación de la fase cristalina anatasa la cual presenta actividad fotocatalítica generando así un material con aplicaciones de interés. Paralelamente a este primer objetivo, con las partículas obtenidas se realizó la formulación de un sistema TiO<sub>2</sub>/Quitosano en donde la interacción entre estos dos componentes potencializa la actividad fotocatalítica del TiO<sub>2</sub>, ya que el quitosano mejora la dispersión y estabilidad de las partículas, evitando su aglomeración y mejorando su eficiencia reactiva, esto debido a la formación de grupos oxidantes a partir de la interacción de grupos amino e hidroxilo, ofreciendo una amplia gama de aplicaciones en el tratamiento de agua o como recubrimiento a estructuras orgánicas, tales como la madera.

**Palabras clave:** sol-gel; hidrólisis; condensación; ultrasonido; calcinación; sistema TiO<sub>2</sub>/Quitosano.

### Introducción

#### 1.1 Oxido de Titanio

El óxido de titanio se encuentra en la naturaleza en tres estructuras cristalinas diferentes: anatasa, rutilo, y brookita. La primera estructura, presenta una menor densidad debido a la distancia existente entre los átomos de titanio y oxígeno. El óxido de titanio es un semiconductor de gran aplicación en la industria e investigación debido a sus propiedades fotocatalíticas. La fase anatasa presenta una mayor actividad fotocatalítica a comparación del rutilo, cuando es excitada a longitudes de ondas igual o mayor a la de su *band gap* (3,2 eV) produce la excitación de un electrón de la banda de valencia a la banda de conducción generando lo que se conoce como par electrón-hueco (e<sup>-</sup>/h<sup>+</sup>), proceso que permite que el TiO<sub>2</sub> pueda usarse en fotodegradación de contaminantes y permita acción antimicrobiana<sup>1</sup>. El TiO<sub>2</sub> se emplea en la elaboración de recubrimientos de proyección térmica gracias a sus propiedades mecánicas y su resistencia al desgaste, lo que lo convierte en un material ideal para desarrollar instrumentos expuestos a movimiento continuo o abrasión<sup>2</sup>. Además, se utiliza en la producción de papel y laminados tipo madera como pigmento, agente de protección UVA y revestimiento. Esto mejora la resistencia, proporciona un acabado liso y brillante, y ofrece protección térmica, resultando en superficies resistentes a la exposición de la luz y la decoloración. Estas características son altamente deseables en materiales de decoración del hogar, como suelos o superficies<sup>3</sup>.

En cuanto a la síntesis de TiO<sub>2</sub>, se han reportado diferentes rutas tales como: síntesis hidrotermal, precipitación, sol-gel, entre otras. La ruta llevada a cabo fue Sol-gel, proceso en el que se involucra la hidrólisis y condensación de alcoholes de titanio para formar un gel, el cual se seca y calina para obtener TiO<sub>2</sub>. Con

este método se obtienen partículas homogéneas, además de una buena relación entre las fases cristalinas de interés.

**Tabla 1.** Estructuras cristalinas del TiO<sub>2</sub><sup>4</sup>

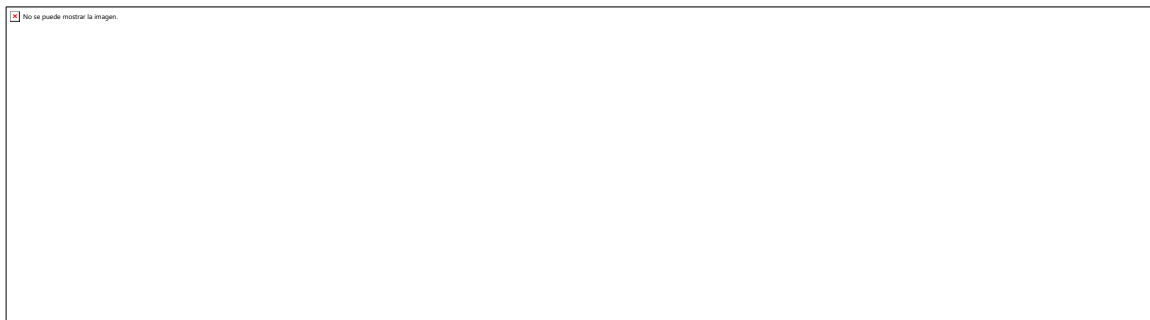
Fase cristalina	Estructura tridimensional	Temperatura de obtención
Anatasa	Tetragonal centrada en el cuerpo	400°C - 600°C
Rutilo	Tetragonal simple	600° C -1100° C
Brookita	Ortorrónica	400° C-1100° C

*Adaptado de: Evaluación de la temperatura y el tiempo de calcinación en la síntesis y caracterización de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> para el uso como agente antibacterial. Revista de la UNCP. 17(1), 115-118.*

## 1.2 Método Sol-gel

El método sol-gel consiste en la formación de redes inorgánicas que sucede tras la transición de un sistema en fase líquida (sol) hasta una fase sólida (gel)<sup>5</sup>, este es llevado a cabo por reacciones químicas de hidrólisis y policondensación, las cuales influyen en la estructura de la red resultante (Figura 3) y, por lo tanto, en las propiedades del material obtenido.

La primera reacción en llevarse a cabo es la hidrólisis, que consiste en la adición de moléculas de agua al alcóxido metálico que puede ser catalizada en medio básico o ácido. En este caso se optó por utilizar el medio ácido, donde el HCl favorece la electrofilia del metal del alcóxido (Figura 1) beneficiando así un ataque nucleofílico del agua hacia el metal del reactivo precursor al transformar el grupo -OR en un mejor grupo saliente (ROH)<sup>6</sup>.



*Figura 1. Hidrólisis catalizada en medio ácido<sup>6</sup>. Adaptado de: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing (pp 25-31). Academic Press.*

Una vez formados los grupos hidroxilos en la etapa de la hidrólisis estos reaccionan con otros grupos formando oligómeros ramificados, etapa que es llamada policondensación ya que pueden suceder dos mecanismos, oxalación y olación<sup>6</sup>. Donde la oxalación implica la formación de enlaces Ti-O-Ti directamente a través de la eliminación de una molécula de agua de dos grupos hidroxi-metálicos adyacentes<sup>7</sup> (Figura 2). Mientras que la olación consiste en la formación de enlaces Ti-OH-Ti a través de la unión de grupos hidroxilo (OH) presentes en el precursor. Los dos grupos hidroxilo se unen, liberando una molécula de agua y formando un enlace Ti-O-Ti (Figura 2). Este proceso contribuye al crecimiento de la red tridimensional de óxido metálico.

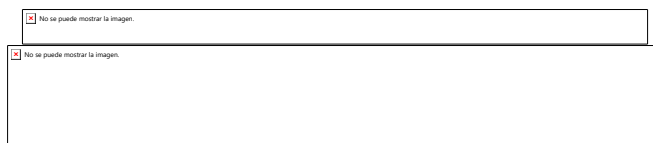


Figura 2. Reacciones de condensación, olación (1), oxalación entre dos grupos hidroxilo (2.1) y oxalación entre grupos alcoxi e hidroxilo (2.2). Adaptado de: *The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing* (pp 25-31). Academic Press.

Ambas reacciones (oxalación y olación) son esenciales para la formación de la red tridimensional en el sol-gel ya que permiten la interconexión de las partículas de óxido metálico para la estructura el gel obtenido. Esta red tridimensional es crucial ya que definirá las propiedades finales del material como la porosidad, la superficie específica y la estabilidad térmica.<sup>8</sup>

El gel formado debe ser secado para eliminar los solventes (agua y alcoholes) presentes en la red del gel (Figura 3) y posteriormente calcinado a altas temperaturas para eliminar cualquier residuo orgánico y cristalizar el TiO<sub>2</sub> en su forma deseada (anatasa, rutilo, o brookita) Tabla 1.<sup>9</sup>



Figura 3. Método sol-gel<sup>7</sup>. Elaboración de Correa Guerra D.M.

### 1.3 Sonoquímica (ultrasonido)

La sonoquímica es la aplicación de ondas sonoras (ultrasonido) en reacciones y procesos químicos<sup>10</sup>. El ultrasonido, provoca una vibración mecánica al pasar a través de un medio líquido, generando un fenómeno de crecimiento y colapso de microburbujas conocido como "cavitación acústica"<sup>11</sup>. En el interior de estas microburbujas se producen alteraciones de presión y temperatura haciendo que estos valores se eleven, estas condiciones pueden proporcionar la energía necesaria para iniciar reacciones químicas que de otro modo serían imposibles o muy lentas en condiciones normales.

El colapso de las burbujas de cavitación puede generar radicales libres como hidroxilos (-OH) si la cavitación acústica se realiza en un medio donde se usa como solvente agua. Estos radicales libres pueden actuar como intermediarios en diversas reacciones químicas, facilitando la ruptura de enlaces químicos y la formación de nuevos productos. Además, la cavitación acústica aumenta la tasa de difusión de reactivos y productos al favorecer la agitación de los componentes, lo que puede llevar a una mayor velocidad de reacción y a una mejora en la homogeneidad de la reacción<sup>12,13</sup>.

El solvente utilizado influye en el proceso de cavitación, ya que sus propiedades físicas y químicas impactan en la propagación de la energía mecánica en la disolución. Los solventes polares pueden estabilizar las burbujas mediante interacciones dipolo-dipolo, mientras que solventes no polares pueden tener efectos por sus características de interacción molecular<sup>13</sup>.

### 1.4 Quitosano

El quitosano es un copolímero natural que se obtiene a partir de la quitina. La quitina es el segundo polímero más abundante en la naturaleza, presente en hongos, exoesqueletos de insectos y crustáceos como el camarón. Presenta una similitud estructural con la celulosa, cuya diferencia radica en los grupos acetamidos presentes en el C<sub>2</sub>, reemplazando el grupo -OH en la molécula de celulosa<sup>14</sup>.

El quitosano es obtenido a partir de la reacción en medio básico de la quitina, proceso conocido como N-desacetilación. La molécula que resulta es producto de la conversión del 60% del grupo amida presente en la quitina, incrementando los grupos amino -NH<sub>2</sub>, los cuales al protonarse (-NH<sup>3+</sup>), permiten que sea soluble en soluciones acuosas acidas, ya que, al incrementarse la polaridad y las repulsiones electrostáticas, permitiendo las asociaciones interpoliméricas, por ello, el grado de desacetilación (porcentaje de conversión de grupos amino) es determinante para las propiedades físicas y químicas del quitosano<sup>14</sup>.



Figura 4. Estructura del Quitosano. Elaboración de Sánchez Saldaña M. F.

Este compuesto muestra una gran versatilidad en reacciones químicas debido a sus grupos aminos e hidroxilo dispuestos en su estructura (Figura 4). Debido a esto tanto el quitosano, como sus derivados son utilizados en la industria debido a que es biocompatible, no tóxico, biodegradable, bifuncional, con actividad antimicrobiana y antifúngica, junto con tener una gran transparencia, protección frente a la radiación UV, baja permeabilidad al oxígeno y flexibilidad<sup>15</sup>, lo que lo hace ideal para la formación de películas e incluso usarse como agente reticulante en la producción del papel y cartón, ya que si tiene un buen porcentaje de desacetilación (mayor a 70%), es absorbido por las fibras de celulosa obteniendo así una mejora en sus propiedades mecánicas y un efecto de barrera contra la humedad<sup>16</sup>.

### 1.5 Sistema TiO<sub>2</sub>/Quitosano

Los sistemas TiO<sub>2</sub>/quitosano son de gran versatilidad, se han utilizado para tratamientos de aguas residuales, degradación de contaminantes orgánicos como anilina, fenol, entre otros. Además de que se puede adaptar este sistema para formar películas, sistemas bicapa, lo que permite que sean adaptables según el tratamiento requerido. Además, la adición del quitosano al óxido de titanio reduce la brecha energética (band gap), permitiendo una mayor excitación del semiconductor y logrando una eficiencia incluso bajo la radiación visible<sup>1</sup>. El uso buscado al sistema TiO<sub>2</sub>/quitosano se centra en el interés por la protección de madera, aprovechando las propiedades descritas para cada uno de los componentes.

**Tabla 2.** Formulaciones del sistema TiO<sub>2</sub>/Quitosano.

Muestra	Quitosano	TiO <sub>2</sub>	Volumen
Qs/TiO <sub>2</sub> -50	0.125g	0.50g	100mL
Qs/TiO <sub>2</sub> -75	0.125g	0.75g	100mL

Elaboración de Sánchez Saldaña M. F.

## Materiales

Los reactivos que se emplearon en la síntesis fueron: Isopropóxido de titanio (IV), ácido clorhídrico concentrado (HCl), alcohol etílico absoluto (EtOH 99.97%), hidróxido de sodio (NaOH), ácido acético y agua destilada. Todos los reactivos se adquirieron en Sigma Aldrich. Para el sistema de sonicación se utilizó Sonics VCX-130 Vibra-Cell Ultrasonic Liquid Processor for Small Volume Application 130 Watt, con una amplitud del 45% durante los tiempos establecidos en la metodología.

## Metodología

### 3.1 Síntesis de partículas de TiO<sub>2</sub> asistido por punta ultrasónica

Para la síntesis de partículas de  $\text{TiO}_2$  se utilizó el método de sol-gel usando como precursor el isopropóxido de titanio (IV), EtOH absoluto como solvente y HCl (ácido clorhídrico) como agente reductor.

En un vaso de precipitado se agregó 5 mL de alcohol y 6.45 mL de isopropóxido de titanio, enseguida se adicionó nuevamente 5 mL de alcohol, 0.5 mL de HCl concentrado, seguido de 12.5 mL de alcohol para finalmente adicionar una solución de 5 mL de alcohol y 1.3 mL de agua destilada. Todo el proceso de adición de reactivos se realizó haciendo uso de la punta ultrasónica para homogenizar la disolución y se utilizó hasta observar la formación del gel. De igual manera, después de la gelificación se secó a baño maría durante 3 hr a  $100^\circ\text{C}$  y se calcinó el polvo obtenido a  $550^\circ\text{C}$  en un mínimo de 12 hr.

### 3.2 Síntesis de quitosano a partir de exoesqueleto de camarón

Para la síntesis del quitosano se obtiene a partir de la utilizar un desecho agroindustrial el exoesqueleto (cascara) del camarón, para su síntesis se llevaron a cabo los siguientes procesos:

**Desmineralización:** En vaso de precipitado se colocó 20 gr de exoesqueleto de camarón previamente acondicionado, agregar una solución de HCl .2N en una relación de 1:10, manteniendo en agitación constante durante 2 h a temperatura ambiente \*.

**Desproteización:** El producto obtenido después de la desmineralización colocar nuevamente en un vaso de precipitado una solución de NaOH 3% en una relación de 1:10, manteniendo en agitación constante durante 2 h a  $80^\circ\text{C}$  \*.

**Despigmentación:** Sumergir los restos del producto en alcohol etílico concentrado en una relación 1:10 con respecto al peso inicial del exoesqueleto, dejar reposar durante 40 min mínimo en agitación constante \*.

**Desacetilación:** Colocar el resto del producto en un vaso de precipitado con una solución de NaOH 50% en una relación 1:10 a  $70^\circ\text{C}$  durante 2 h y a  $100^\circ\text{C}$  durante 2 h bajo agitación constante \*.

\*Después de cada paso realizar lavados con agua destilada hasta obtener pH neutro y secar a  $70^\circ\text{C}$  durante 12 h antes de realizar el siguiente paso (Figura 5).



Figura 5. Síntesis de quitosano. Elaboración de Correa Guerra D.M.

### 3.3 Formulación sistema $\text{TiO}_2$ /Quitosano

Para la formulación del sistema se utilizaron el quitosano y las partículas de  $\text{TiO}_2$  sintetizadas previamente. En un vaso de precipitados se colocaron 100 mL de agua. Con agitación magnética, se adicionó la cantidad necesaria de partículas de  $\text{TiO}_2$  para cumplir con las relaciones de 0.75 % y 0.50 % en peso. Posteriormente, se sónico la mezcla con una punta ultrasónica durante 1 minuto. Se añadieron de 6 a 10 gotas de ácido acético concentrado para asegurar la dilución del quitosano, y a continuación, se agregaron 0.125 g de quitosano. La mezcla se mantuvo bajo agitación magnética hasta la completa disolución del quitosano. Finalmente, se sónico la solución durante 1 minuto adicional para obtener una suspensión homogénea (Figura 6).



Figura 6. Metodología sistema  $\text{TiO}_2$ /Quitosano. Elaboración de Sánchez Saldaña M. F.

### 3.4 Análisis de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

La espectroscopia FTIR se utilizó para la caracterización estructural de los productos obtenidos. Los espectros fueron obtenidos en un espectrómetro Perkin-Elmer Precisely Spectrum 100 bajo la modalidad de Reflectancia Total Atenuada (ATR) en la región de  $4000-400\text{ cm}^{-1}$ .

## Resultados y discusión

La Figura 7 muestra las tres etapas generales de la síntesis de las partículas de  $\text{TiO}_2$ . En la sección A) de la Figura 7 se observa la presencia de burbujas en el gel formado, por el uso de la punta ultrasónica en el proceso de gelificación, que duró aproximadamente 1 minuto 45 segundos tras adicionar todos los componentes en la disolución. Cuando se observó el aumento de viscosidad del sistema, se retiró la punta ultrasónica.

Una vez obtenido el gel, se sometió a baño maría durante 3 hr a  $100^\circ\text{ C}$  para la obtención del polvo cerámico, como puede verse en la sección B) de la Figura 7 este adquirió un color marrón claro una vez finalizado el proceso de secado, cabe resaltar que este paso es de suma importancia para definir el tamaño de la partícula, ya que si el gel se fragmenta durante el secado este se verá afectado directamente en la morfología de las partículas obtenidas y por lo tanto, no habrá una distribución homogénea en el sistema.



Figura 7. A) Gel obtenido, B) Secado, C) Calcinado

En cuanto al tratamiento de calcinación se sabe que define el tipo de arreglo cristalino que se obtendrá según la temperatura por tiempo sometido, por eso debe existir un control sobre el proceso. Cabe resaltar que la bibliografía consultada estimaba un tiempo de calcinación de 2 hr a  $500^\circ\text{ C}$  para la síntesis de nanopartículas  $\text{TiO}_2$ <sup>6</sup>, sin embargo, al paso de ese tiempo a  $500^\circ\text{ C}$  el polvo obtenido tenía una apariencia amarillenta, lo cual era indicativo de que no había finalizado aún la degradación de compuestos orgánicos presentes en el material sintetizado, por lo cual se optó por modificar los parámetros calcinación a  $550^\circ\text{ C}$  durante aproximadamente 12 hr, obteniendo así un polvo blanco como se observa en la sección C) de la Figura 7. Cabe resaltar que se observó presencia de elementos cristalinos, lo cual se atribuye que, durante el proceso de calcinación al someter el material durante un largo periodo, se favoreció la formación de elementos cristalinos.

### Análisis espectros FTIR

La Figura 8 muestra el espectro obtenido de las partículas de  $\text{TiO}_2$ . En este espectro, se observa un pico a  $3423\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a la vibración de alargamiento del grupo hidroxilo (OH), lo que puede asociarse con la presencia de humedad. El pico a  $1641\text{ cm}^{-1}$  indica la vibración de alargamiento del grupo (Ti-OH) del carboxilato de titanio, formado a partir del precursor y el etanol. El pico intenso a  $526\text{ cm}^{-1}$  está asociado a la vibración de alargamiento del enlace (Ti-O-O), lo que confirma la presencia de  $\text{TiO}_2$  en la muestra. Finalmente, se observan picos a  $2920\text{ cm}^{-1}$  y  $2851\text{ cm}^{-1}$  correspondientes a las vibraciones de alargamiento de los grupos metilo y metileno, respectivamente, así como un pico a  $1381\text{ cm}^{-1}$  que corresponde a la vibración de flexión del enlace (C-H), lo que indica la presencia de remanentes de la reacción<sup>17</sup>.

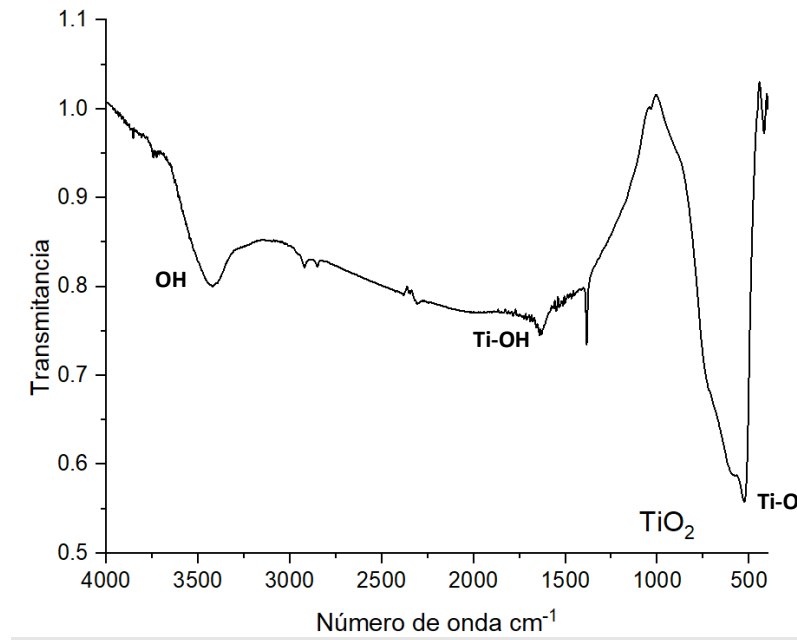


Figura 8. Espectro FTIR-ATR de Oxido de Titanio.

La Figura 9 muestra el espectro obtenido de una hojuela de quitosano, proporcionándonos información importante sobre su composición y destacando los principales picos. Los picos a  $3363\text{ cm}^{-1}$  y  $3300\text{ cm}^{-1}$  corresponden a la vibración de alargamiento simétrico y asimétrico del grupo amino ( $\text{NH}_2$ ), respectivamente. El ancho de estos picos en esta región indica la presencia del grupo hidroxilo (OH) presente en las unidades de glucosa. El pico a  $2878\text{ cm}^{-1}$  corresponde a la vibración de alargamiento del enlace (C-H) de los grupos metileno, mientras que el pico a  $1648\text{ cm}^{-1}$  indica la presencia del grupo carbonilo (C=O) asociado al grupo amida primaria presente en la quitina. El pico a  $1583\text{ cm}^{-1}$  se asocia con la vibración de deformación del enlace (N-H), correspondiente a residuos N-acetilados amidas secundarias, y la señal a  $1420\text{ cm}^{-1}$  se refiere a la flexión del enlace (C-H-OH). Finalmente, el pico a  $1151\text{ cm}^{-1}$  se asigna al estiramiento asimétrico del puente (C-O-C), mientras que el pico a  $1029\text{ cm}^{-1}$  corresponde a la vibración esquelética del enlace (C-O), indicando la presencia del carbono anomérico de las unidades glucopiranosas a lo largo de la estructura del copolímero<sup>18</sup>.

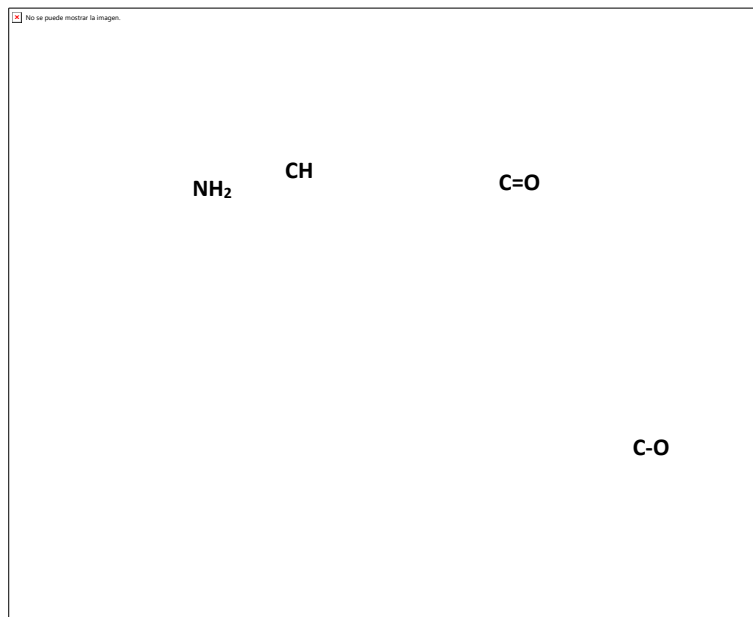


Figura 9. Espectro FTIR-ATR de hojuela de Quitosano.



### Determinación del grado de desacetilación.

El grado de desacetilación del quitosano se determinó a partir de las señales obtenidas del espectro Infrarrojo. Utilizando la ecuación 1, se calculó el grado de desacetilación (DD) a partir de las bandas de absorción a  $1320\text{ cm}^{-1}$ , correspondiente a una amida acetilada que indica unidades sin desacetilar y una absorción a  $1420\text{ cm}^{-1}$  elegida como referencia<sup>19</sup>. El porcentaje de desacetilación obtenido fue del 77.98%, situándose dentro del parámetro del quitosano comercial cuyo %DD oscila entre 70-90% y que se utiliza principalmente en la industria alimentaria, cosmética y remediación ambiental, debido propiedades mecánicas y antifúngicas<sup>20</sup>.

$$\%DD = 100 - \left( \frac{Un_{1320}}{Un_{1420}} * 0.3822 \right) * \frac{1}{0.03133} \quad \text{Ec. 1}$$

$$\%DD = 100 - \left( \frac{0.21913}{0.12143} * 0.3822 \right) * \frac{1}{0.03133}$$

$$\%DD = 77.98$$

## Conclusiones

La síntesis de partículas de  $\text{TiO}_2$  mediante el método sol-gel asistido por punta ultrasónica resultó ser un proceso que favoreció la homogeneización del sistema durante la síntesis, obteniendo mejores resultados comparado con la metodología de agitación magnética. Esta mejora fue evidente a partir del aspecto físico del producto obtenido.

El espectro FTIR de la muestra de  $\text{TiO}_2$  mostró señales características que evidencian la formación del óxido de titanio. En cuanto al quitosano, reafirmamos la importancia del grado de desacetilación en sus propiedades y aplicaciones futuras, consiguiendo quitosano de grado comercial en la síntesis.

En el sistema  $\text{TiO}_2$ /Quitosano, el uso de la punta ultrasónica permitió formar una suspensión estable de partículas de  $\text{TiO}_2$  en la solución de quitosano. Futuras investigaciones se centrarán en el uso de este sistema para su aplicación en madera, evaluando si las características presentadas pueden ser útiles para la preservación de este material.

Como perspectivas futuras, se recomienda enfocar esfuerzos en la caracterización de la muestra de  $\text{TiO}_2$  mediante técnicas específicas para sólidos como lo es la Difracción de Rayos X, con el fin de determinar las fases cristalinas obtenidas siguiendo la ruta de síntesis descrita en este trabajo. También hay que caracterizar el sistema  $\text{TiO}_2$ /Quitosano para analizar su distribución y tiempo de sedimentación, para determinar la estabilidad de esta formulación y evaluar si sus propiedades se ven afectadas con el tiempo, considerando su interés para aplicaciones en proyectos futuros.

## Agradecimientos

Los autores agradecen al Dr. Gustavo Cruz Jiménez responsable del Laboratorio LETRA del Departamento de Farmacia, DCNE-UG, por su apoyo con el equipo FTIR-ATR, a la Dra. Rebeca Yasmin Pérez Rodríguez de la USAIQ (unidad de Servicios Analíticos) por permitirnos el uso del equipo de espectroscopia de UV visible, al Laboratorio de Ciencia y Tecnología del Silicio por el acceso a las instalaciones, al Dr. Ramón Antonio Zárraga Núñez por brindar asesoría del proyecto, al I.Q. Jorge Antonio Palafox Segoviano por su apoyo en asesoramiento y coordinación de espacios para la realización de análisis. Por último, agradecemos el tiempo, el apoyo, las enseñanzas y la dirección del MRSM. Gilberto Guzmán Álvarez, que nos acompañó y coordinó en la realización de todo el proyecto.

## Bibliografía/Referencias

1. Avilés Carrasco, J.F. (2016). Estudio de la actividad fotocatalítica de  $\text{TiO}_2$ -Quitosano y su aplicación en el rango de la luz visible. [Tesis de ingeniero civil químico, Universidad de Chile].
2. Palacio, Claudia & Tabares, Tatiana & Hernandez, Javier & Barrera, Daniel & Gómez Montoya, Alejandro & Blanquissett, Einer & Vargas, Agustín & Arroyave, M. & Vargas, F. & Arias, Jhoman. (2013). Estudio de las



propiedades físicas y químicas de recubrimientos de TiO<sub>2</sub> elaborados mediante proyección térmica por combustión oxiacetilénica a partir de polvos nanométricos.

3. TDMA. (2024, 19 febrero). Hacer el papel más ligero y brillante con dióxido de titanio - TDMA. <https://www.tdma.info/es/sustentabilidad/hacer-el-papel-mas-ligero-y-brillante-con-dioxido-de-titanio>
4. Ingaruca Álvarez, E.; Rojas Zacarías, E.; Vilca Moreno, O.; Ochoa León, H.; Caro Meza, E. & Tinoco Bernuy, E. (2020). Evaluación de la temperatura y el tiempo de calcinación en la síntesis y caracterización de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> para el uso como agente antibacterial. Revista de la UNCP. 17(1), 115-118. <https://doi.org/10.26490/uncp.prospectivauniversitaria.2020.17.1384>
5. Tekniker. (s.f). <https://www.tekniker.es/es/tecnologia-sol-gel>
6. Brinker, C. J., & Scherer, G. W. (1990). Sol-Gel Science : The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing (pp 25-31). Academic Press.
7. Pérez Jiménez, L.E. (2020). Síntesis y evaluación antibacterial del nanocomposito de Ag/TiO<sub>2</sub>/ZnO obtenido mediante Sol-Gel. [Tesis de maestría, Universidad Juárez Autónoma de Tabasco].
8. Regalado Raya, R. (2010). Materiales TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> sintetizados mediante sol-gel. [Tesis de posgrado, Universidad michoacana de San Nicolas de Hidalgo] [http://bibliotecavirtual.dgb.umich.mx:8083/xmlui/bitstream/handle/DGB\\_UMICH/4812/FIQ-M-2010-0035.pdf?sequence=1&isAllowed=y](http://bibliotecavirtual.dgb.umich.mx:8083/xmlui/bitstream/handle/DGB_UMICH/4812/FIQ-M-2010-0035.pdf?sequence=1&isAllowed=y)
9. Alarcón Hernández., C. J. (2022). Análisis de la síntesis química y verde de nanopartículas de óxidos metálicos: ventajas y desventajas. [Tesis de maestría, Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica (INAOE).] <https://inaoe.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1009/2408/1/TESIS%20DE%20MAESTR%C3%8DA%20CESAR%20DE%20JESUS%20ALARCON.pdf>
10. Hielscher Ultrasonic. (s.f) [https://www.hielscher.com/es/sonochem\\_01.htm](https://www.hielscher.com/es/sonochem_01.htm)
11. Ashokkumar M. (2011). La caracterización de las burbujas de cavitación acústica: una descripción general. Ultrason. Sonochem.; 18 :864–872. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2010.11.016>
12. Agudelo-Valencia, Rafael N., Camargo-Vargas, Gabriel de J., Roja-Molano, Héctor F., Garcés-Polo, Siby I., Arias-Sierra, Santiago, & Agudelo-Carrascal, Isabel C. (2022). Cavitación ultrasónica para el tratamiento de aguas residuales. Una revisión. Ingeniería y competitividad, 24 (2), e30411661. Publicación electrónica del 26 de mayo de 2022. <https://doi.org/10.25100/iyc.v24i2.11661>
13. Ashokkumar, M., Lee, J., Kentish, S., Franz, G. (2007) *Bubbles in an acoustic field: An overview*, *Ultrasonics Sonochemistry, Volume 14, Issue 4, (pp 470-475), ISSN 1350-4177*, (2007) Bubbles in an acoustic field: An overview, *Ultrasonics Sonochemistry, Volume 14, Issue 4, (pp 470-475), ISSN 1350-4177*, <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2006.09.016>.
14. Romero–Serrano, A., & Pereira, J. (2020). Estado del arte: Quitosano, un biomaterial versátil. Estado del Arte desde su obtención a sus múltiples aplicaciones. [https://www.redalyc.org/journal/707/70764230002/html/#redalyc\\_70764230002\\_ref26](https://www.redalyc.org/journal/707/70764230002/html/#redalyc_70764230002_ref26)
15. Abugoch James, L.E. (2018). Fabricación de nano y micropartículas de β-quitina a partir de la pluma del calamar gigante (*Dosidicus gigas*) y evaluación de su efecto en las propiedades mecánicas y barrera al vapor de agua de películas PVOH/Quitosano. [Tesis de título de ingeniero en alimentos, Universidad de Chile].
16. S, H., M, H., M, A., & E, K. (2016). The effect of chitosan on physical and mechanical properties of paper. *Journal Of Chemical Engineering And Materials Science*, 7(1), 1-10. <https://doi.org/10.5897/jcems2015.0235>
17. Ba-Abbad, M. M., Kadhum, A. A. H., Mohamad, A. B., Takriff, M. S., & Sopian, K. (2012b). Synthesis and Catalytic Activity of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles for Photochemical Oxidation of Concentrated Chlorophenols under Direct Solar Radiation. *International Journal Of Electrochemical Science*, 7(6), 4871-4888. [https://doi.org/10.1016/s1452-3981\(23\)19588-5](https://doi.org/10.1016/s1452-3981(23)19588-5)
18. Yasmeen, S., Kabiraz, M., Saha, B., Qadir, M., Gafur, M., & Masum, S. (2016). Chromium (VI) Ions Removal from Tannery Effluent using Chitosan-Microcrystalline Cellulose Composite as Adsorbent. *International Research Journal of Pure And Applied Chemistry*, 10(4), 1-14. <https://doi.org/10.9734/irjpac/2016/23315>
19. Fatima, B. (2020b). Quantitative Analysis by IR : Determination of Chitin/Chitosan DD. En *IntechOpen eBooks*. <https://doi.org/10.5772/intechopen.89708>

20. Rodríguez-Pedroso, A. T., Ramírez-Arrebato, M., Rivero-González, D., Bosquez-Molina, E., Barrera-Necha, L. L., & Bautista-Baños, S. (s. f.). Propiedades químico-estructurales y actividad biológica de la quitosana en microorganismos fitopatógenos. [https://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1027-152X2009000500012#:~:text=Usualmente%20en%20el%20caso%20de.%25%20\(Muzzarelli%2C%201977\).](https://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1027-152X2009000500012#:~:text=Usualmente%20en%20el%20caso%20de.%25%20(Muzzarelli%2C%201977).)